

固体推進剤の製造プロセスの構築

○矢野康之¹，原口大地²，各務聡³

宮崎大学工学部教育研究支援技術センター¹，宮崎大学大学院工学研究科工学専攻²，

宮崎大学工学部機械設計システム工学科³

概要

宮崎大学の各務研究室では、人工衛星に搭載する超小型推進機の研究・開発が行われている。その中で、固体推進機は、ゴム状の燃料と酸化剤粒子をねりあわせたコンポジット推進剤を燃焼させ、ノズルを利用して推力を得るため、推進剤の質（推進剤内部に気泡がないこと、酸化剤や添加剤が分散していること）が推進機のパフォーマンスに大きく関係する。そこで、本報告では、燃料の配合や添加剤の粒径等が任意で調整できるような推進剤の製造プロセスの構築及び固体推進剤の試作、メーカー品との燃焼速度等の比較評価について述べる。

1. はじめに

本研究室では、固体推進剤を作製する設備や環境を有していなかったため、燃料の配合や添加剤の粒径、推進剤の形状を任意で調整することができなかった。そのため、図1に示すように、メーカー品の推進剤を使用し、推進剤ホルダに推進剤を切り出して充填してきた。しかし、推進剤ホルダと推進剤との間に生じる隙間が不安定な燃焼の原因の一つとなっていた。

そこで、今回、推進剤の配合や比率、形状をパラメータとした実験の実現及び推進剤ホルダと推進剤の密着性の向上を図るため、捏和及び充填工程・脱泡工程・硬化工程の3つの工程からなる固体推進剤の製造プロセスの構築・試作を行った。

また、本製造プロセスの構築実現により、学生が燃料の配合を検討して、推進機を設計・製作し、自らその性能を評価できるため、構想から逐次改良に至るまでのものづくりのプロセスを体験することができ、学生のモチベーションの向上にも期待できる。

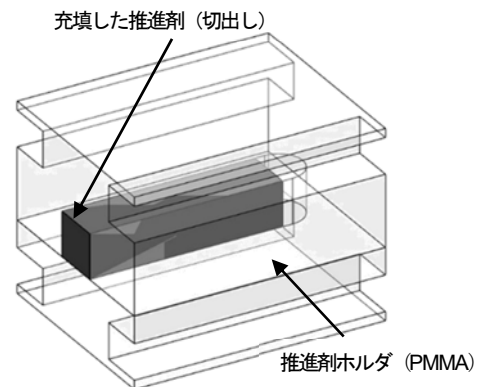


図1 推進剤と推進剤ホルダ

2. HTPB/AP 系コンポジット推進剤について

今回作製する推進剤は、燃料及び結合剤として水酸基末端ポリブタジエン（図2）、酸化剤に過塩素酸アンモニウム（図3）、またレーザー照射による点火のためにカーボンブラック（図4）を使用する。配合の割合については、先行研究¹⁾によりカーボンブラックの燃焼制御性を確認できている配合とする。（水酸基末端ポリブタジエンを30wt%、酸化剤に過塩素酸アンモニウムを70wt%、カーボンブラックを外割で0.5wt%）

1回の工程で作製する量は、安全性や実験で使用する量を考慮して50gとし、50gを消費してから、新しい推進剤を作製することとした。表1に、1回の製造で作製する推進剤の配合量を示す。



図2 水酸基末端ポリブタジエン（HTPB）



図3 過塩素酸アンモニウム（AP）



図4 カーボンブラック

表 1 推進機に使用する推進剤の配合量

	HTPB/AP 系コンポジット推進剤 (HTPB/AP/C=30/70/0.5wt%)			
	水酸基末端ポリブタジエン	過塩素酸アンモニウム	カーボンブラック	硬化剤
配合量(g)	13.8	35	0.25	1.2

3. 推進剤の試作について

下記に今回構築した推進剤の製造プロセスを示す。

3.1 捏和及び充填工程

初めに、テフロン製の容器に水酸基末端ポリブタジエンとイソホロジイソシアネート（硬化剤）を水酸基末端ポリブタジエンに対して 8% 添加する²⁾。その後、あらかじめ 50 μm 程度にふるいをかけておいた過塩素酸アンモニウムを配合し、捏和機（図 5）にて捏和を行った。（過塩素酸アンモニウムは、衝撃や摩擦によって点火する恐れがあるため取扱いには十分に注意が必要である。）その後、カーボンブラックを投入した。捏和作業は、脱泡のために $\Phi 300$ の真空チャンバ内に捏和機を設置し真空中で攪拌した。

水酸基末端ポリブタジエン（液体）は、もともと高粘度の物質であり、過塩素酸アンモニウム（固体）が 7 割に対し、水酸基末端ポリブタジエンは 3 割のためさらに粘度が高くなる。そのため、捏和や充填作業が非常に行いづらい。そこで、水酸基末端ポリブタジエンの粘度が温度に依存することを利用して捏和及び充填時には加温し、作業性の向上を図った。（水酸基末端ポリブタジエンの粘度は、10°C 時で粘度が 16Pa・s、50°C 時で粘度が 2Pa・s である³⁾。）

充填作業は、捏和した推進剤をシリンジに充填し、推進剤ホルダに注入した。

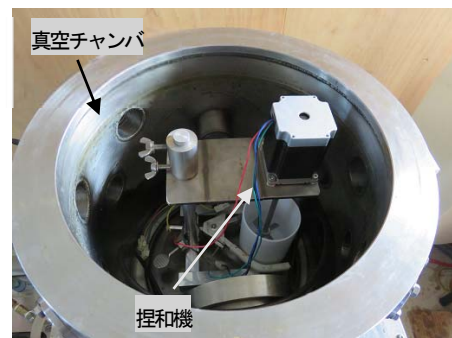


図 5 捏和機

3.2 脱泡工程

推進剤内に気泡が存在すると、燃焼時に燃焼表面積が大きくなり一時的に燃焼速度が増加し燃焼が不安定になるため、捏和及び充填時に発生した推進剤内の気泡を脱泡する必要がある。そこで、次のような工程で脱泡を行った。

脱泡工程では、まず初めに、真空容器内に推進剤を充填した推進剤ホルダを設置し静置脱泡を行った。しかし、静置脱泡では、うまく脱泡できず数 mm 程度の気泡が存在した。

次に、遠心力を利用した遠心脱泡機を試作した。遠心脱泡機（図 6）は、小型 AC モーター、ターンテーブル、傾斜部品、推進剤ホルダから構成され、ターンテーブルを回転させ推進剤ホルダを傾斜させることにより推進剤内の気泡を上部に逃がす仕組みとなっている。また、スピードコントローラーを設け任意で遠心力が調整できるようにした（回転数 25rpm~472rpm 最大 17G）。

遠心脱泡機を使用した推進剤を観察すると、静置脱泡時に確認できた気泡の存在を目視では確認することができなかった。

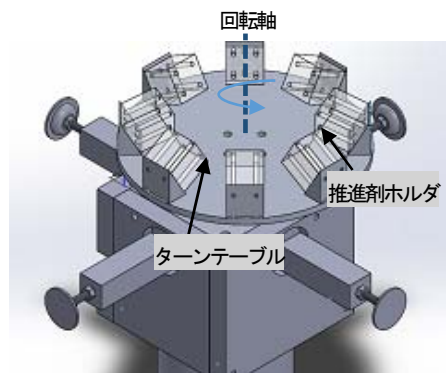


図 6 試作した遠心脱泡機

3.3 硬化工程

推進剤ホルダに充填した推進剤を硬化させるため、熱風低温乾燥機（SHIMADZU 製 STAC-P500M）を使用し、60°C で 1 週間程度静置し推進剤を硬化させた。

4. 評価

4.1 脱泡法の異なる推進剤の比較

下記に脱泡法の異なる推進剤の推力測定の結果を示す（図 7）。試作した固体推進剤は、レーザー照射時のみ燃焼するよ

うな配合になっており、レーザーにより燃焼の on/off が可能である。静置脱泡で作製した推進剤の推力測定結果では、10s 後から推力及び圧力が変動していることが確認できる。この原因として、内部に気泡が存在したため一時的に燃焼速度等が変化し、燃焼の不安定につながっていると考えられる。その一方で、遠心脱泡機を使用して作製した推進剤の推力測定結果は、燃焼が安定していることが確認できる。この結果から、脱泡のために遠心力を利用した脱泡法は有効であることが確認できた。

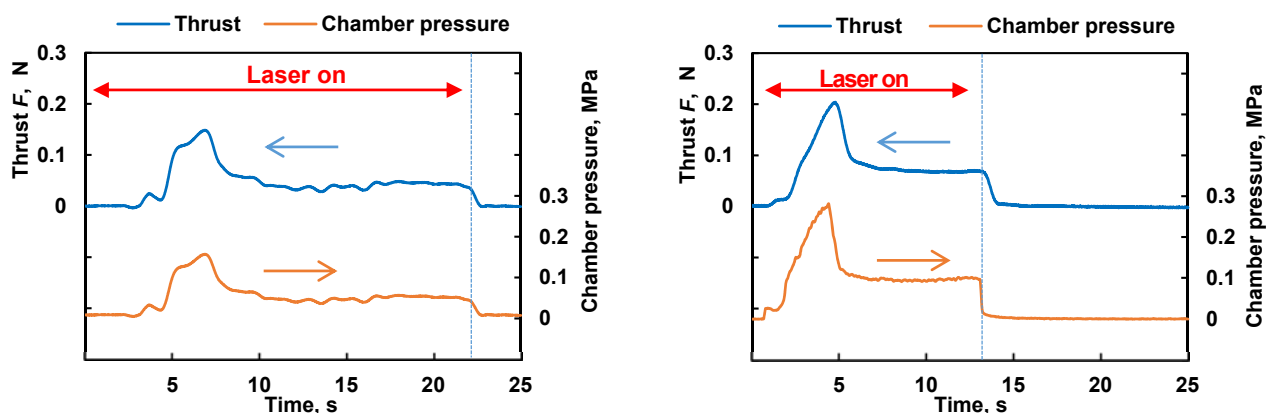


図7 推力測定試験（左：静置脱泡 右：遠心脱泡）

4.1 これまで使用してきた推進剤との比較

研究で作製した推進剤を使用するためには、これまで使用してきたメーカー品と比較し評価する必要がある、今回は作製した推進剤とメーカー品を燃焼速度と圧力の関係で評価することとした。図8は、燃焼速度と圧力の関係を示している。図8の結果から、背圧が0.03MPaから0.5MPaにおいて、燃焼速度がおおよそ1mm/sでありメーカー品と大きな差がなく同様な結果を得ることができた。そのため、製作した推進剤でも十分に使用できることが確認できた。

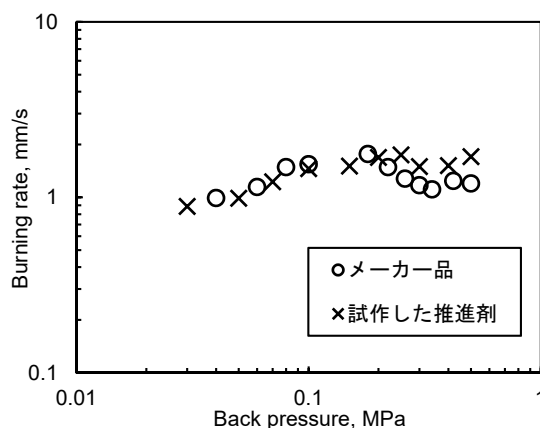


図8 燃焼速度と圧力の関係

5. まとめ

今回、燃料の配合や添加剤の粒径等が任意で調整できるよう推進剤の製造プロセスの構築および推進剤ホルダと推進剤の密着性の向上を図ることを目的とし、推進剤の試作を行い、以下の結果を得ることができた。

- ・捏和工程、脱泡工程、硬化工程の3つの工程からなる固体推進剤の製造プロセスを構築することができた。
- ・脱泡工程において、遠心脱泡法は有効であることが確認できた。
- ・これまで使用してきた推進剤と燃焼速度を比較しても遜色ないことが確認できた。

6. 今後の課題

脱泡工程において遠心力を利用した脱泡法は有効であることが確認できたが、その一方で遠心力を利用していることから水酸基末端ポリブタジエンと過塩素酸アンモニウムが比重の関係により分離している可能性がある。そのため、今後推進剤の「質」の向上を図るためには、電子顕微鏡やCT等を活用し推進剤内部の分布等を確認する必要があると考える。

参考文献

- 1) Kakami, A., Terashita, S. and Tachibana, T. :A Laser Heating Method for Estimating Thermal Balance of Burning Solid Propellants, Science and Technology of Energetic Materials, Vol70, No.6 (2009) ,pp.145-151
- 2) 甲賀誠:AP/HTPB系コンポジット推進薬設計のための一考察,日本航空宇宙学会論文集, Vol.55 (2007) ,pp.182-187
- 3) 出光興産株式会社,液状ゴム技術資料